

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



(52)

Deutsche Kl. 12 o, 1/04

(10)

(11)

(21)

(22)

(43)

Offenlegungsschrift 1937 286

Aktenzeichen: P 19 37 286.2

Anmeldetag: 23. Juli 1969Offenlegungstag: 24. Februar 1972

Ausstellungspriorität: —

(30)

Unionspriorität:

(32)

Datum: —

(33)

Land: —

(31)

Aktenzeichen: —

(54)

Bezeichnung: Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol

(61)

Zusatz zu: —

(62)

Ausscheidung aus: —

(71)

Anmelder: Fried. Krupp GmbH, 4300 Essen

Vertreter gem. § 16 PatG: —

(72)

Als Erfinder benannt. Schauerte, Karlheinz, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat.;
 Niebes, Walter, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat., 4300 Essen;
 Antrag auf Nichtnennung; Beckmann, Hans, 4300 Essen

Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT
BESCHRÄNKTER HAFTUNG IN ESSEN

Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol

Zusatz zum Patent (Anmeldung P 16 43 724.4)

Die Hauptanmeldung bezieht sich auf ein Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol durch Kristallisation von p-Xylol-haltigen Aromaten-Gemischen oberhalb des eutektischen Punktes und Abtrennung des Kristallisats von anhaftender Mutterlauge durch Hindurchtreiben eines inerten Mediums.

Nach dem Verfahren der Hauptanmeldung werden die reinen p-Xylol-Kristalle, die sich durch Auskristallisieren in der Mutterlauge gebildet haben, von dieser auf einem Filter weitgehend getrennt, wobei der entstehende Filterkuchen von noch anhaftender Flüssigkeit, die die Verunreinigungen enthält, in der Weise befreit wird, daß durch den Filterkuchen ein inertes Medium getrieben wird, das die restliche Mutterlauge aus dem Filterkuchen nahezu vollständig verdrängt.

Voraussetzung zum Erreichen einer genügend hohen p-Xylol-Konzentration in den Kristallen ist eine genügend hohe Schüttdichte des Filterkuchens, um die Strömungsquerschnitte des inerten Mediums zu erhöhen und damit genügend kinetische Energie zum Überwinden der Grenzflächenspannung Kristall-Mutterlauge zur Verfügung zu haben.

Bei einer Ausgestaltung des Verfahrens nach der Hauptanmeldung ist bereits vorgeschlagen worden, die Schütt-

2

dichte des Filterkuchens auf mechanischem Wege, beispielsweise durch Anpressen mit Hilfe von Walzen, zu erhöhen. Jedoch ließ sich bisher bei der Verwendung von Anpreßwalzen oftmals nicht vermeiden, daß die Kristalle teilweise an der Oberfläche der Walzen anklebten.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Reinheit des Filterkuchens zu erhöhen, insbesondere ohne die Verwendung mechanischer Anpreßmittel.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das inerte Medium mit einer Temperatur von höchstens 16°C vorzugsweise von $12 - 16^{\circ}\text{C}$ durch den Filterkuchen getrieben wird. Als inertes Medium wird bei dem Verfahren vorzugsweise Luft verwendet.

Bei einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird das inerte Medium, bevor es auf den Filterkuchen geleitet wird, mit Filtrat aus dem Filter gekühlt. Das inerte Medium kann zweckmäßigerweise in einem geschlossenen Kreislauf geführt werden.

Bei der Durchführung des Verfahrens der Hauptanmeldung nach der erfindungsgemäßen Verbesserung weist das Kristalline p-Xylol auf dem Filter während der gesamten Zeit, in der es von dem inerten Medium umströmt wird, einen dichten und über das gesamte Volumen einheitlichen feinporigen Filterkuchen auf. Das Einhalten eines feinporigen Filterkuchens stellt den entscheidenden Vorteil der erfindungsgemäßen Verbesserung gegenüber dem Verfahren der Hauptanmeldung dar. Denn bei einem konstanten Mengendurchsatz sind in einem feinporigen Filterkuchen die kinetischen Kräfte des inerten Strömungsmediums wegen der kleinen Strömungsquerschnitte in den Poren größer als diejenigen in einem großporigen Filterkuchen,

wodurch der die Verunreinigungen enthaltende Flüssigkeitsfilm von den Kristallen besser entfernt wird.

Die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist besonders vorteilhaft, wenn die Schüttdichte Werte von über $0,5 \text{ g/cm}^3$ aufweist.

Das Verfahren nach der vorliegenden Erfindung sei an dem folgenden Beispiel erläutert:

Auf einem Drehzellenfilter üblicher Bauart für Versuchszwecke mit $0,5 \text{ m}^2$ Filterfläche wurden aus einer Suspension von p-Xylol-Kristallen in einem flüssigen C_8 -Aromaten-Gemisch die Kristalle als Filterkuchen vom Filtrat abgetrennt und durch Hindurchsaugen von Luft als inertem Medium von den Resten der Mutterlauge befreit. Die Suspension hatte eine Temperatur von -67°C und einen Gehalt an p-Xylol von 23 Gew. %. Hier- von lag mehr als die Hälfte (13 Gew %) in Kristallform vor. Der Filterkuchen war 25 mm dick und bedeckte $0,275 \text{ m}^2$ der Filterfläche. Die Verweilzeit der p-Xylol-Kristalle im Luftstrom betrug 9 Minuten, gerechnet vom Auftauchen aus der Suspension bis zur Abnahme vom Filter durch einen Abstreifer. Die durch den Kuchen getriebene Luft wurde im Kreislauf geführt und hatte eine Temperatur von 15°C . Die Luftmenge betrug $225 \text{ Nm}^3/\text{h}$ pro m^2 Filterkuchenfläche.

Hinter dem Filterkuchen herrschte ein Unterdruck von $0,47 \text{ at}$. Der Versuch wurde kontinuierlich über mehrere Stunden gefahren. In regelmäßigen Abständen wurden Proben vom Filterkuchen und vom Filtrat gezogen und analysiert. Das Filtrat enthielt 14, 2 Gew. % p-Xylol. Im abgenommenen Filterkuchen wurde eine Reinheit von 99,2 Gew.-% p-Xylol erreicht.

Die Luftmenge wird in besonderer Ausgestaltung des Verfahrens so gewählt, daß der Druckverlust innerhalb des Filterkuchens mehr als 150 Torr beträgt.

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol durch Kristallisation von p-Xylol aus Aromaten-Gemischen oberhalb des eutektischen Punktes und Abtrennung des Kristallisats sowie Befreiung des Kristallisats von anhaftender Mutterlauge auf einem Filter durch Hindurchtreiben eines inerten Mediums durch die einen Filterkuchen bildenden Kristalle nach Patent ... (Anmeldung P 16 43 724.4), dadurch gekennzeichnet, daß das inerte Medium mit einer Temperatur von höchstens 16°C vorzugsweise von $12 - 16^{\circ}\text{C}$, durch den Filterkuchen getrieben wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als inertes Medium Luft verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das inerte Medium, bevor es auf den Filterkuchen geleitet wird, mit dem aus dem Filter austretenden Filtrat gekühlt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das inerte Medium in einem geschlossenen Kreislauf geführt wird.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Druckabfall innerhalb des Filterkuchens mehr als 150 Torr beträgt.